

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-199571
(43)Date of publication of application : 19.07.1994

(51)Int.Cl. C04B 35/52
C04B 35/52
C04B 35/56

(21)Application number : 03-174744 (71)Applicant : NIPPON SERATETSUKU:KK
NIPPON CEMENT CO LTD
(22)Date of filing : 20.06.1991 (72)Inventor : NISHIO NORIYUKI

(54) WEAR RESISTANT CERAMIC MATERIAL AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a ceramic material very excellent in wear resistance without using a high temp. and high pressure device by adding diamond powder or granules to part or all of a carbon source blended with reaction-sinterable silicon carbide.

CONSTITUTION: A carbon source such as graphite, carbon black or a carbonizable org. compd. is blended with silicon carbide powder or granules to prepare starting material. Diamond powder or granules are then added to part or all of the carbon source and the starting material is heated in vacuum or in a nonoxidizing atmosphere without using a high temp. and high pressure device. Molten silicon is allowed to penetrate into the starting material and brought into a reaction with the carbon source in the starting material and bonding is carried out with newly formed silicon carbide to obtain the objective wear resistant ceramic material having $\leq 1 \times 10^{-8}$ mm²/kg specific wear loss measured by a pin-on-disk method using a resin bonded diamond disk.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-199571

(43)公開日 平成6年(1994)7月19日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/52	B			
	3 0 1 B			
35/56	1 0 1 H			
	V			
	W			

審査請求 未請求 請求項の数2(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平3-174744
(22)出願日 平成3年(1991)6月20日

(71)出願人 391005824
株式会社日本セラテック
宮城県仙台市泉区明通3丁目5番
(71)出願人 000004190
日本セメント株式会社
東京都千代田区大手町1丁目6番1号
(72)発明者 西尾 典幸
宮城県仙台市泉区明通3丁目5番 株式会
社日本セラテック内
(74)代理人 弁理士 奥山 尚男 (外4名)

(54)【発明の名称】 耐摩耗性セラミックス材料およびその製造方法

(57)【要約】

【目的】 従来のエンジニアリングセラミックス材料と比較してきわめて優れた耐摩耗性を有しながら、その製造工程ではダイヤモンド焼結体のような高温高压装置を必要とせず、また比較的大きな部材も製造可能な耐摩耗性セラミックス材料、およびその製造方法を提供すること。

【構成】 黒鉛・カーボンブラック・加熱により炭素源となる炭化性有機化合物などの炭素源に必要な応じて炭化珪素粉粒体を配合した原料層において、炭素源の一部または全部をダイヤモンド粉粒体とし、真空中または非酸化性雰囲気中で加熱し、熔融させた珪素を上記原料層に浸透させ、原料層中の炭素源と反応させて新たに生成した炭化珪素により結合させたダイヤモンド粉粒体を含む反応焼結炭化珪素材料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 黒鉛・カーボンブラック・加熱により炭素源となる炭化性有機化合物などの炭素源に必要に応じて炭化珪素粉粒体を配合した原料層において、炭素源の一部または全部をダイヤモンド粉粒体とし、真空中または非酸化性雰囲気中で加熱し、熔融させた珪素を上記原料層に浸透させ、原料層中の炭素源と反応させて新たに生成した炭化珪素により結合させたダイヤモンド粉粒体を含む反応焼結炭化珪素材料であって、レジソンドのダイヤモンドディスク（#600、集中度100）を用いたピンオンディスク法（荷重1kg、乾式摺動条件）による比摩耗量が、 $1 \times 10^{-8} \text{ mm}^2 / \text{kg}$ より少ない耐摩耗性セラミックス材料。

【請求項2】 黒鉛・カーボンブラック・加熱により炭素源となる炭化性有機化合物などの炭素源に必要に応じて炭化珪素粉粒体を配合した原料層において、炭素源の一部または全部をダイヤモンド粉粒体とし、高温高压装置を用いることなく（5～6GPa、1400～1550℃というダイヤモンドの安定条件下ではなく）、真空中または非酸化性雰囲気中で加熱し、熔融させた珪素を上記原料層に浸透させ、原料層中の炭素源と反応させて新たに生成した炭化珪素により結合させることを特徴とする耐摩耗性セラミックス材料の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、ブロックゲージ・各種測定器の測定部分・磁気ディスクの読みとり部分やプリンター駆動部などの乾式摺動部材・軸受けやメカニカルシールなどの比較的高負荷がかかる摺動部材などの寸法安定性、耐摩耗性が要求される部材に使用される耐摩耗性セラミックス材料と、その製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】耐摩耗性、寸法安定性が要求される構造部材にはアルミナ・炭化珪素・窒化珪素・ジルコニアなどのいわゆるエンジニアリングセラミックス材料が用いられている。

【0003】また代表的な超硬質耐摩耗性材料の例として、ダイヤモンド粉体にコバルトなどの鉄族金属や、耐熱性を出す場合は珪素などを配合し、良く知られた高温高压発生装置（通常5～6GPa、1400～1550℃）によりダイヤモンドの安定領域で、ダイヤモンド同士を結合を形成することによりダイヤモンド焼結体として製造されるダイヤモンドバイトの切削用切刃や、ダイヤモンドビットなどに使用されるダイヤモンドコンパックスなどがある。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】こういった耐摩耗部材の中で、最も耐摩耗性の優れた材質はダイヤモンド焼結体のようなダイヤモンドを配合した部材ということがで

きる。しかしながらこういったダイヤモンド焼結体は、ダイヤモンドが黒鉛化しないようにダイヤモンドの安定条件（通常5～6GPa、1400～1550℃）を保持するため高温高压装置を用いる必要があり、従来のダイヤモンド焼結体より大きな数十mmから100mmを超えるような製品を製作する場合は、製造設備をさらに大きくする必要があり、技術上、コスト上の問題があった。

【0005】また、アルミナ・炭化珪素・窒化珪素・ジルコニアなどの従来のセラミックス材質は、金属材料に比べれば優れた耐摩耗性を示すが、ダイヤモンド焼結体に比較すると一般に耐摩耗性が劣っている。

【0006】本発明は、従来のエンジニアリングセラミックス材料と比較してきわめて優れた、ダイヤモンド焼結体に近い耐摩耗性を有しながら、その製造工程ではダイヤモンド焼結体のような高温高压装置を必要とせず、また比較的大きな部材も製造可能な耐摩耗性セラミックス材料、およびその製造方法を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記課題を解決するために、反応焼結炭化珪素材質が配合された炭素源の一部または全部にダイヤモンド粉粒体を配合することにより、きわめて耐摩耗性に優れたセラミックス材質を高压条件を必要とせずに製作することに成功し、本発明を完成させた。

【0008】以下、本発明を詳説に説明する。

【0009】反応焼結炭化珪素材質とは、黒鉛・カーボンブラック・加熱により炭素源となる例えばフェノール樹脂、メラミン樹脂、ユリア樹脂等の炭化性有機化合物に必要に応じて炭化珪素粉粒体（他の原料と均一に混合するため20ミクロン以下が望ましい。）を配合し、真空中または非酸化性雰囲気中で加熱し、熔融させた珪素を浸透させ、炭素源と反応させて新たに炭化珪素を生成させることにより結合させた材質である。

【0010】この反応焼結炭化珪素材質を生成させることができる原料層の炭素源の一部または全部をダイヤモンド粉粒体とすることにより、後述するように反応焼結後の乾式摺動試験における比摩耗量を従来のセラミックス材料に比較してけた違いに少なくすることが可能となる。

【0011】原料層に配合したダイヤモンド粒子が粒子の中心部まで反応して炭化珪素化してしまったのではダイヤモンド粒子を配合する意味がないため、反応焼結後もダイヤモンドとして残存する条件を選定する必要がある。

【0012】一般に黒鉛・カーボンブラック等の炭素源粒子が熔融珪素と接触して炭化珪素が表面に生成する場合、表面から5～10ミクロン程度が反応する。従って、中心部まで炭化珪素化しないようにするため、数十ミクロン以上の粒径のダイヤモンド粒子を配合する必要

3

がある。望ましくは、ダイヤモンド粒子の充填密度をできるだけ高めるため、20ミクロン以上の粒径で粒度分布にふたつのピークがでるように粒度配合するのがよく、また300ミクロン以上になると成形しにくく、表面が粗となるため、300ミクロン以下がよい。

【0013】原料層は粉末層であっても成形体であっても良い。成形体の場合はあらかじめ製品形状に加工しておくことによりニアネットシェイプの製品を製造することができる。いずれの場合においても表面の材質が窒化ほう素で内側に製品をびったりとはめ込むことができる型枠を用いることが、反応焼結後の過剰珪素の除去工程が簡単になるという点から望ましい。

【0014】この原料層に接するように金属珪素粉を配する。この金属珪素粉は、次工程の加熱によって溶融した際外部に流れ出さないよう、表面の材質が窒化ほう素の型枠で囲うことが望ましい。

【0015】そのまま真空中または非酸化性雰囲気中で加熱し(1450~1500℃が望ましい。)、金属珪素粉を溶融させ、炭素との直接反応、すなわちC+Si→SiCの反応により、炭化珪素を生成させる。

【0016】冷却、炉出し後、表面に残存した金属珪素を除去するとともに、必要に応じて表面を研削して、所定の寸法に整えることにより製品とする。

【0017】本発明によるダイヤモンド粒子を含んだ反応焼結炭化珪素材料の耐摩耗性の評価基準として、乾式摺動摩耗試験のピンオンディスク法による比摩耗量を用いる。比摩耗量とは摺動時の単位荷重あたり、単位摺動距離あたりの摩耗部分の体積を意味し、乾式摺動摩耗であれば摺動速度(周速)および試験荷重に関係なく摺動材質の組み合わせで決まる性質のものである。

【0018】比摩耗量は図1に示す装置で一定時間毎にピンの重量を測定し、初期摩耗の不安定な部分を除いて安定な摩耗を示すようになった後の、摺動距離に対する摩耗量の傾きから計算される。ディスク側材質に砥石材料に使用されているレジンボンドの#600ダイヤモンドを用いることにより、従来のエンジニアリングセラミックスとの耐摩耗性の差を明確に評価することができる。

【0019】ピンオンディスク法による比摩耗量の測定の結果、従来のエンジニアリングセラミックスの中でも

4

耐摩耗性がいいとされている常圧焼結炭化珪素材料でも $10^{-6} \sim 10^{-5} \text{ mm}^2 / \text{kg}$ 台であるのにたいし、本発明によるダイヤモンド粒子を含んだ炭化珪素材料では $10^{-9} \text{ mm}^2 / \text{kg}$ の比摩耗量とけた違いに優れた耐摩耗性が確認された。

【0020】以下、本発明の実施例を示すが、本発明は、下記の実施例に限定されるものではなく、本発明の技術的思想に基づいて各種の変形および変更が可能であることは当然である。

10 【0021】

【実施例】88~105ミクロンの粒度、12~15ミクロンの粒度の2種類のグレードの市販の人工ダイヤモンドパウダーを、それぞれ75重量部、25重量部ずつ粒度配合し、さらに炭素源および成形バインダーとして炭化率40%のノボラック型フェノール樹脂を25重量部配合した。乳鉢で混合した後、 1000 kg/cm^2 の成形圧力で $12 \times 5 \times 60 \text{ mm}$ に金型成形した。750℃で60分間、真空脱脂および炭化を行い、 $3 \times 4 \times 20 \text{ mm}$ に開口して基材とした。内寸法 $3 \times 4 \times 20 \text{ mm}$ の窒化ほう素製の型枠にびたりと基材をはめ込み、基材に接して上法に金属珪素粉を1.5g充填した。そのまま真空炉で1500℃で30分間加熱し、金属珪素粉を溶融させ基材に浸透反応させて、ダイヤモンド粉粒体を含んだ反応焼結炭化珪素材料を生成させた。冷却・脱型後、付着した過剰の金属珪素を研削除去し、 $3 \times 4 \times 20 \text{ mm}$ のテフトピースを製作した。このテストピースを図1に示したピンオンディスク法の試験装置にセットし、試験荷重1.3kg、60rpmで乾式で、しかし周囲に水を流して摺動発熱を逃がしながら摩耗試験を行なったところ、表1の結果を得た。3本のテストピースの平均値は $1.5 \times 10^{-9} \text{ mm}^2 / \text{kg}$ の比摩耗量であった。

【0022】【比較例】一方、同寸法のテストピースを常圧焼結炭化珪素で作製し、同条件でピンオンディスク法で摩耗試験したところ、表1に示したように3本のテストピースの平均値は $7.2 \times 10^{-6} \text{ mm}^2 / \text{kg}$ と、本発明のダイヤモンド粉粒体を含んだ反応焼結炭化珪素材料に比較して非常に大きな比摩耗量であった。

【0023】

【表1】

5

6

実施例および比較例で得られた比摩耗量 (mm^2/kg)

	測定値	平均値
実施例	1. 2×10^{-9}	1.5×10^{-9}
	2. 0×10^{-9}	
	1. 3×10^{-9}	
比較例 (常圧焼結 炭化珪素)	1. 3×10^{-5}	7.2×10^{-6}
	3. 5×10^{-6}	
	5. 1×10^{-6}	

【0024】

【発明の効果】本発明のダイヤモンド粉粒体を含んだ耐摩耗製セラミックス材料およびその製造方法によれば、従来のエンジニアリングセラミックスでは耐えられなかった高負荷条件下での使用にも十分に耐えられる耐摩耗性セラミックス材料を、あるいは潤滑剤を使用しない条件下での固体接触下の摺動に対する耐摩耗製セラミックス材料を従来のダイヤモンド焼結体を製造する場合のような高温高压装置を必要とせず通常の真空炉または非酸化性雰囲気炉で製造し、提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の耐摩耗性セラミックスの乾式摺動摩耗試験を行うピンオンディスク法を行なう装置を示した概念図である。

【符号の説明】

- 1 ピン ($3 \times 4 \times 20 \text{ mm}$)
- 2 ディスク ($\phi 60 \text{ mm}$ レジンボンド #600 ダイヤモンドディスク)
- 3 ピンホルダー
- 4 試験荷重
- 5 回転テーブル

【図1】

